

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>6</sup>

C09B 67/00

C08L101/00

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98118877.X

[43]公开日 1999年3月17日

[11]公开号 CN 1210873A

[22]申请日 98.9.7 [21]申请号 98118877.X

[30]优先权

[32]97.9.8 [33]US [31]058154

[32]97.9.23 [33]US [31]059768

[71]申请人 西巴特殊化学品控股有限公司

地址 瑞士巴塞尔

[72]发明人 F·贝布勒

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 魏金玺 王其灏

权利要求书 2 页 说明书 15 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 拌入颜料组合物

[57]摘要

一种用于高分子量材料着色,特别是用于涂料和油墨体系的拌入颜料组合物,它包含 85—99.5 重量份数的颜料和 0.5—15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂。该拌入颜料组合物是微粒状的,且可通过喷雾干燥高固体含量的包含颜料和添加剂的颜料水分散体而得到。这种新的颜料组合物粉末易于处理、易于润湿且可快速分散以形成均匀的颜料水分散体,该分散体实际上没有较大颜料团粒,且能够容易地作为拌入颜料加入水性油墨和涂料体系中而无需在球磨机中的分散步骤。

(BJ)第 1456 号

## 权 利 要 求 书

1. 一种微粒状的拌入颜料组合物, 它包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂, 前提是, 该共聚物不是烯属不饱和磺酸和 N-乙烯基吡咯烷酮的共聚物。  
5
2. 一种可通过喷雾干燥颜料水分散体而得到的颜料组合物, 其中分散体包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂。
3. 根据权利要求 1 或 2 的颜料组合物, 其中添加剂包含由乙烯基吡咯烷酮或乙烯基吡咯烷酮共聚物与一种或多种其它中性的、阴离子的或阳离子的水溶性聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物组成的混合物, 且其中添加剂混合物的总量小于颜料组合物的 20 重量份数。  
10
4. 根据权利要求 1 至 3 的颜料组合物, 其中所述颜料为有机颜料与无机填料的混合物。
5. 一种用于制备权利要求 1 至 4 中的颜料组合物的方法, 它包括  
15
  - (A) 制备添加剂的水溶液;
  - (B) 将颜料在溶液中成浆, 得到均匀的包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的添加剂的液体分散体系,
  - (C) 将所得的液体分散体系进行喷雾干燥和
  - (D) 收集颜料组合物的干燥微粒。
6. 一种着色的高分子量有机材料, 它包含有效着色量的根据权利要求 1 至 4 的颜料组合物和高分子量有机材料。
7. 一种用于制备着色的高分子量有机材料的方法, 它包括向高分子量有机材料中加入根据权利要求 1 至 4 的颜料组合物作为拌入颜料。  
25
8. 根据权利要求 6 的着色的高分子量有机材料, 其中高分子量有机材料为可热固化的或可交联的活性涂料体系。
9. 根据权利要求 8 的着色的高分子量有机材料, 其中高分子量有机材料为被压延、浇铸、模塑或被加工成纤维和塑料制品的塑料, 该塑料制品被压延、浇铸、模塑或被加工成纤维。  
30
10. 根据权利要求 1 至 4 的颜料组合物在制备着色的高分子量有

机材料中的应用。

# 说明书

## 拌入颜料组合物

5 本发明涉及微粒状的拌入颜料组合物，它包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂，前提是，该共聚物不是烯属不饱和碳酸和 N-乙烯基吡咯烷酮的共聚物。

10 有机拌入颜料是已知的且例如在美国专利 № 5554217 中已有描述。这些已知的拌入颜料和拌入颜料组合物在应用于涂料和油墨体系，特别是溶剂基体系时，具有优异的拌入性能。它们所具有的主要优点在于：通过将颜料粉末简单搅拌到涂料体系中，就能把它们加入油墨或涂料体系，而无需经过在球磨机中既费时又费力的分散步骤。

15 使用某些也称为母料的颜料制剂作为拌入颜料也是已知的，其颜料浓度为基于制剂的 30-60 重量%。这些拌入制剂在某些应用中具有优异的性能。然而，它们确实所具有的缺点是采用了昂贵的制备步骤，而且由于载体添加剂的含量高，它们有时在一些应用介质中表现出不相容性。

20 许多专利描述了例如，通过加入颜料衍生物如颜料碳酸、碳酸酞胺或其它颜料衍生物而用于颜料表面改性以提高某些颜料性能如色度或流变性能的步骤。然而，为了将颜料加入涂料载体中，这些处理过的颜料需要在球磨机中分散许多时间。

25 美国专利 № 3806464 披露了用丙烯酸系共聚物对颜料进行包封，而日本公开专利申请 SH057-49664A 描述了一种用于制备包含可被碱性物质溶解在水中的热塑性树脂的颜料组合物的步骤。尽管这些颜料包含极性聚合物，但是它们不同于有创造性的本颜料组合物，这是因为，它们包含不同种类的添加剂。还有，它们在某些应用介质中表现出不相容性。因此，它们作为颜料组合物的应用是不普遍的。其它专利，如美国专利 5274010 和 5401780 描述了一种用于聚烯烃无卷曲着色的步骤，它是通过用聚乙烯醇或其它极性聚合物如丙烯酸系聚合物、纤维素衍生物、马来酸酐-苯乙烯共聚物和聚乙烯基吡咯烷酮，单独  
30 地或与硅烷和乙酰丙酮锆薄膜结合包覆颜料表面而完成的。颜料的包覆是通过 (A) 预制的可溶聚合物在颜料上的吸附或 (B) 在颜料存在

下通过相应单体的聚合而实现的。在每一情况下，所得的包覆颜料都是通过从水悬浮液中过滤而分离出来的。这种悬浮液难于过滤，而且其中非常细小的颜料颗粒易于渗透。因此，通常加入过滤助剂以提高过滤速率。然而，这些过滤助剂在颜料组合物中的存在，能够导致所得包覆颜料在应用于非聚烯烃基质时的不相容性。此外，这些颜料悬浮液包含大量的溶解在水介质中并因此在过滤后存在于滤液中的未被吸附的聚合物。这样，为了回收或分解可溶聚合物并将滤液颜色降至环境认可的水准，这种高度着色的滤液需要进行特殊处理。

美国专利№5145524 披露了通过用聚乙烯基烷基醚处理而对颜料表面所进行的改性，所得颜料在汽车抛光体系中的性能得到提高。这种表面处理同时提高了颜料在水体系中的流动性能，这样，具有较高固体含量的颜料水分散体可直接应用于水生涂料体系中。这种颜料分散体具有起泡和沉降的缺点。此外，它们需要加入防污剂。还有，在多数情况下，为得到最佳分散体，它们需要在球磨机中进行分散。

美国专利№3904562 描述了一种通过沉淀法，给细分有机颜料颗粒包封上一聚合物外层的步骤。由于使用了大量的无机盐以促进聚合物从水介质中的沉淀，该步骤费用大且对环境有害。此外，按照该专利的教导，被包封的颗粒需要有较高分子量的聚乙烯基吡咯烷酮和大量以颜料为基质的聚合物以保证完全包封，这样当其用于各种不同基质时，就对颜料的相容性产生不利影响。

日本公开专利申请 SH058-208351A 描述了一种包含颜料，和烯属不饱和磺酸与 N-乙烯基吡咯烷酮化合物的水溶性共聚物的颜料组合物。所述颜料组合物可通过简单的机械搅拌而无需分散步骤就能够加入到水载体中。然而，由于磺酸聚合物的存在，这些颜料组合物可能不适合于许多应用场合，例如在汽车涂料体系中的应用，这是因为，大家早已知道，强极性的聚磺酸对涂料体系的固化具有不利影响。此外，聚磺酸的存在可提高吸水性，而这进一步损害了着色涂层体系的耐气候性。

由于环境关系和新的环境规章的缘故，涂料工业正在从溶剂生涂料体系向水生涂料体系彻底过渡。新发展的改进的含水聚合物粘结剂体系正在帮助加速这种转变，但是它们也迫使颜料生产者不断对其颜料进行改性，以满足用户对颜料性能的最新要求。

本发明涉及微粒状的新的拌入颜料组合物，它包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂。这些新的微粒状拌入颜料组合物，可通过对包含颜料和添加剂的高固体含量的颜料水分散体进行喷雾干燥而得到的。它们在应用于水性油墨和涂料体系时表现出提高的颜料性能，特别是用于工业涂料、商业销售和汽车工业的那些颜料组合物。

意想不到的，我们发现这种拌入颜料组合物可容易地作为拌入颜料加入水性油墨和涂料体系中，而不必在球磨机中进行分散步骤。与常规干燥的和微粉碎的颜料相比，新颜料组合物一般是少尘的且更加易于处理。它们也容易润湿和快速分散，形成实际上没有较大颜料团粒的均匀的水性颜料分散体。已知有许多小颗粒尺寸的颜料在干燥过程中发生聚集。然而，即使颜料具有这种聚集倾向，令人惊奇的是，本有创造性的微粒状拌入颜料组合物在水性涂料体系中是易分散的。还有，这种拌入颜料组合物所具有的主要优点在于：它们与包括要求最多的汽车涂料体系在内的各种水性涂料和油墨体系是相容的。此外，新的拌入颜料组合物，可在常规装置中通过非常简单、经济和对环境无害的方法而得到。

本发明涉及微粒状的拌入颜料组合物，它包含 85-99.5 重量份数，优选为 90-99 重量份数和最优选为 94-99 重量份数的颜料，以及 0.5-15 重量份数，优选为 1-10 重量份数和最优选为 1-6 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂，前提是，该共聚物不是烯属不饱和磺酸和 N-乙烯基吡咯烷酮的共聚物。

这些新的微粒状拌入颜料组合物优选地通过对一种颜料水分散体进行喷雾干燥而得到，该分散体包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的包含乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物的添加剂，前提是，该共聚物不是烯属不饱和磺酸和 N-乙烯基吡咯烷酮的共聚物。特别优选的是高固体含量的颜料水分散体的喷雾干燥。它们对高分子量材料的着色是有用的。

各种乙烯基吡咯烷酮均聚物或共聚物都适合作为添加剂用于制备本有创造性的拌入颜料组合物。一般来说，乙烯基吡咯烷酮均聚物，是通过已知步骤对 1-乙烯基-2-吡咯烷酮（也称作乙烯基吡咯烷酮，N-乙烯基吡咯烷酮和 NVP）进行聚合而得到的聚乙烯基吡咯烷酮。

这些聚合物是已知的，而且许多可从商业购得。聚乙烯基吡咯烷酮的重均分子量优选为不大于 300000g/mol；最优选为 5000-200000g/mol。

5 合适的乙烯基吡咯烷酮共聚物为，例如乙烯基吡咯烷酮与乙烯基醚、乙烯基醇、或醋酸乙烯酯；丙烯酸或甲基丙烯酸或其酯或酰胺的共聚物，特别是与醋酸乙烯酯的共聚物。

特别合适的是水溶性共聚物，如乙烯基吡咯烷酮与醋酸乙烯酯的比率为 70:30-60:40 的水溶性聚乙烯基吡咯烷酮醋酸乙烯酯共聚物。

10 根据在本有创造性的拌入颜料组合物及其应用介质中所采用的颜料，使用乙烯基吡咯烷酮均聚物或共聚物添加剂与其它优选的水溶性聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物的共混物是有利的。

因此，本发明的另一优选具体例涉及本有创造性的颜料组合物，其中添加剂包含乙烯基吡咯烷酮或乙烯基吡咯烷酮共聚物与一种或  
15 多种其它中性的、阴离子的或阳离子的水溶性聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物的混合物，且其中添加剂混合物的总量小于颜料组合物的 20 重量份数。

这些聚合物为，例如聚丙烯酸、聚甲基丙烯酸、聚马来酸酐、聚  
20 氨酯、聚乙烯基醚、聚乙烯基醇、聚亚烷基二醇、聚氧化乙烯、纤维素衍生物、聚亚胺、聚乙烯基吡啶、或其共聚物，或共聚物如丙烯酸与苯乙烯、丙烯腈、醋酸乙烯酯、膦酸乙烯酯、丙酸乙烯酯、氯乙烯、衣康酸或马来酸酐的共聚物，或其混合物。

合适的聚合衍生物为，例如乙氧化的或丙氧化的脂肪胺如乙氧化的椰子烷基、油基或大豆烷基胺；乙氧化的或丙氧化的脂肪族季盐如  
25 乙氧化的椰子烷基三甲基氯化铵；乙氧化的脂肪酰胺如乙氧化的油酰胺；烷基-、环烷基-或烷芳基-氧基聚（亚乙基氧）乙醇，环烷基氧基聚（亚乙基氧）月桂酸酯或油酸酯，聚乙二醇 400 月桂酸酯或油酸酯，烷基-、环烷基-或烷芳基-聚（亚乙基氧）碳酸酯或膦酸酯。特别优选的环烷基氧基聚（亚乙基氧）月桂酸酯或油酸酯为，例如聚（亚  
30 乙基氧）山梨糖醇酐月桂酸酯或油酸酯。其它优选的这种水溶性聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物本质上是已知的且是商业上可得到的。

乙烯基吡咯烷酮聚合物或共聚物添加剂和其它优选的水溶性聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物在本有创造性的拌入颜料组合物中的总量，优选为不大于 20 重量份数，最优选为 5-15 重量份数。这种混合物优选地包含至少 20 重量%，最优选为 20-80 重量%的乙烯基吡咯烷酮聚合物或乙烯基吡咯烷酮共聚物。

如果其它的聚合物、共聚物和/或聚合物衍生物为阴离子或阳离子聚合物，那么聚合物添加剂混合物优选地在水介质，优选为碱性或酸性水介质中溶解成盐。

另一优选具体例涉及有创造性的颜料组合物，其中所述阳离子聚合物为聚乙烯基吡啶或聚亚胺。

有利的是，阳离子聚合物或聚合物衍生物或共聚物溶解在水中作为烷基铵、钠、钾或铵盐。

进一步优选的具体例涉及有创造性的颜料组合物，其中所述颜料为有机或无机颜料或其混合物。

特别合适用于本有创造性的拌入颜料组合物的颜料为，选自偶氮、偶氮甲碱、次甲基、蒽醌、酞青、萘环酮、二萘嵌苯、二酮吡咯并吡咯、硫靛、亚氨基异二氢吲哚、二恶嗪、亚氨基异吲哚啉酮、喹吲啶酮、黄烷士酮、阴丹酮、蒽啉酮和喹啉酮颜料，或其混合物或固溶体；尤其是偶氮、二恶嗪、二酮吡咯并吡咯、喹吲啶酮、酞青、阴丹酮或亚氨基异吲哚啉酮颜料，或其混合物或固溶体的有机颜料。

用于本拌入颜料组合物的值得注意的颜料，是 Color Index 中所描述的那些颜料，包括 C. I. 颜料红 202、C. I. 颜料红 122、C. I. 颜料红 179、C. I. 颜料红 170、C. I. 颜料红 144、C. I. 颜料红 177、C. I. 颜料红 254、C. I. 颜料红 255、C. I. 颜料红 264、C. I. 颜料棕 23、C. I. 颜料黄 109、C. I. 颜料黄 110、C. I. 颜料黄 147、C. I. 颜料黄 191.1、C. I. 颜料黄 74、C. I. 颜料黄 83、C. I. 颜料黄 13、C. I. 颜料橙 61、C. I. 颜料橙 71、C. I. 颜料橙 73、C. I. 颜料橙 48、C. I. 颜料橙 49、C. I. 颜料蓝 15、C. I. 颜料蓝 60、C. I. 颜料紫 23、C. I. 颜料紫 37、C. I. 颜料紫 19、C. I. 颜料绿 7、和 C. I. 颜料绿 36，或其混合物或固溶体。

用于本拌入颜料组合物的合适的无机颜料，选自碳黑、金属氧化物、混合的金属氧化物、锑黄、铬酸铅、硫酸铬酸铅、钼酸铅、群青、钴蓝、锰蓝、铬绿、水合铬绿、钴绿、金属硫化物、硫代硒化镉、



铁酸锌、和钒酸铋，及其混合物。

一般来说，按照本发明，颜料的平均颗粒尺寸在  $0.001-30\mu\text{m}$  范围内，优选地在  $0.005-5\mu\text{m}$  范围内。基于这些平均颗粒尺寸范围，显然颜料优选地以一种原生的或经调节改善的颜料形式使用。颜料优选地以其含水滤饼形式使用，它是例如通过在合成或调节之后对颜料进行分离而得到的。此外，颜料可包含常规的添加剂，如无机填料、光稳定剂和/或防絮凝剂。

因此，本发明的另一优选具体例涉及有创造性的颜料组合物，其中所述颜料为无机颜料与无机填料的混合物。

词语“无机填料”是指基本上透明的无机颜料。例如，云母、高岭土、滑石、硅灰石、和天然或合成硅石，如玻璃是适合用于本发明颜料组合物的熟知的无机填料。滑石、白云母和高岭土，或其混合物是特别合适的无机填料。

透明云母特别适合用作无机填料。在云母中，白云母、金云母、黑云母和合成云母是最合适的。

无机填料优选地以其天然形态使用，但是可能也可使用处理过的透明或半透明无机填料颜料，例如用金属氧化物处理的云母、或用无机脂肪族化合物如长链脂肪酸处理的滑石。总的来说，无机填料包括具有任何几何形状的原生填料颗粒，但片状是优选的。无机填料的平均颗粒尺寸优选地在  $0.5-10\mu\text{m}$  范围内，且最大颗粒尺寸应小于  $20\mu\text{m}$ 。

通常无机填料是以基于颜料重量的 1-30% 的浓度使用的。

因此，另一优选具体例涉及有创造性的颜料组合物，其中所述颜料为 70-99 重量份数的有机颜料与 1-30 重量份数的无机填料的混合物。

光稳定剂，如 U.V. (紫外线) 吸收剂和受阻胺光稳定剂是本领域已知的。它们能以任何合适的有效量用于本颜料组合物中，只要它们不损害组合物的拌入颜料性能。

也称作流变促进剂或颗粒生长抑制剂的防絮凝剂是颜料工业所熟知的，且适合作为添加剂用于本颜料组合物。一般来说，防絮凝剂例如，颜料衍生物如有机颜料的磺酸、磺酸盐或磺酰胺衍生物。通常，流变促进剂是以基于有机颜料重量的 0.5-8% 的浓度使用的。

无机填料、光稳定剂和/或防絮凝剂是在喷雾干燥步骤之前、之中或之后加入组合物中的。这些常规的添加剂优选地在喷雾干燥步骤之前加入。根据常规的添加剂，它优选地在合成或调节步骤的后期，于颜料分离之前加入，或者将它加入重新成浆的高固体含量的颜料滤饼水分散体中。

本有创造性的颜料组合物可优选地通过以下方法制备，它包括

(A) 制备添加剂的水溶液；

(B) 将颜料在该溶液中成浆，以得到均匀的包含 85-99.5 重量份数的颜料和 0.5-15 重量份数的添加剂的液体分散体系，

(C) 将所得的液体分散体系进行喷雾干燥和

(D) 收集颜料组合物的干燥微粒。

其优选具体例涉及有创造性的方法，其中颜料的含水滤饼是在溶液中成浆的。

在一优选的方法中，高浓缩的颜料滤饼，是在以下实施例所示的添加剂水溶液的存在下，在 5-90℃、优选为 20-60℃ 的温度下，于任何合适的装置如 Cowles® 分散器中成浆而得到均匀的水分散体的。本领域的熟练人员能够容易地确定用于均匀的水分散体进行喷雾干燥的合适条件。

由于按照本发明所采用的添加剂具有已知的显著液化效应，所以能够容易生成固体含量在 20% 以上或，根据颜料和聚合物添加剂或添加剂混合物，固体含量为 25% 及其以上的低粘度的颜料水分散体。尽管颜料浓度高，这些颜料分散体所具有的优点是：它们为液态的、易于流动且特别适合进行喷雾干燥。

喷雾干燥是化学工业中熟知的干燥技术。任何喷雾干燥所常用的装置，都可用于对本有创造性的颜料组合物进行喷雾干燥。合适的商业上可得到的装置，包括得自 Bowen 的 BOWEN BLS 喷雾干燥器和得自 NIRO 公司的 NIRO ATOMIZER。

由于它们的固体含量高，本有创造性的颜料分散体是通过喷雾干燥而快速和经济地进行干燥的，生成独特的由微粒组成的颜料组合物粉末。按照本发明，添加剂均匀地分散在拌入颜料组合物中且用作微粒的粘结剂。

通常，当微粒悬浮在水混溶性溶剂如二甲苯中并用光学显微镜进

行观察时，其尺寸范围为 1-1000 $\mu$ m，优选地为 3-300 $\mu$ m。它们可具有任何形状。微粒的形状和尺寸受几种参数，如颜料的种类和颗粒尺寸、添加剂或添加剂混合物各自的种类和浓度、以及喷雾干燥条件和喷雾干燥器装置的影响。由于微粒的颗粒尺寸较大，所以它们通常是少尘的，且比常规干燥和微粒化的颜料更易处理。

本有创造性的颜料组合物在水性油墨或涂料体系中易于润湿。令人惊奇的是，通过将颜料简单搅拌到水性油墨或涂料体系中，而无需在球磨机或其它的高剪切诱导装置中的分散步骤，就能将它们迅速分散。因此，本有创造性的颜料组合物特别适合在水体系中用作拌入颜料，这样它们省略了在球磨机中的既费时又费力的分散步骤以及清洗球磨机的费用。

一般来说，应向所要着色的高分子量有机材料中，加入有效颜料量的拌入颜料组合物。有效颜料量，是能够在高分子量有机材料中产生所需颜色的任何量。特别的是，拌入颜料的用量，为基于所要着色的高分子量有机材料为 0.01-30 重量%，优选为 0.1-10 重量%。

按照本方法着色的有色高分子量有机材料可用于各种应用中。例如，高分子量有机材料可用于清漆、油墨和瓷漆组合物的颜料淀积。按照本发明制得的有色高分子量有机材料，特别适合用于制备汽车涂漆的制备。

如果高分子量有机材料为涂料或油墨体系，那么按照本方法着色的高分子量有机材料优选为，例如纤维素醚、纤维素酯、聚氨酯、聚酯、聚碳酸酯、聚烯烃、聚苯乙烯、聚砜、聚酰胺、聚环酰胺、聚酰亚胺、聚醚、聚醚酮、聚卤化乙烯、聚四氟乙烯、丙烯酸系和甲基丙烯酸系聚合物、橡胶、硅酮聚合物、苯酚/甲醛树脂、三聚氰胺、甲醛树脂、尿素/甲醛树脂、环氧树脂和二烯橡胶或其共聚物。

用于热固化或交联涂料，例如化学活性涂料的高分子量有机材料，也可按照本方法进行着色。按照本方法制得的有色高分子量有机材料，特别适合用在包含常规的粘结剂且在高温下具有活性的烘烤油漆中。可用于这种涂料的有色高分子量有机材料的例子，包括丙烯酸、醇酸、环氧、酚醛、三聚氰胺、尿素、聚酯、聚氨酯、嵌段异氰酸酯、苯并胍胺或纤维素酯树脂，或其混合物。按照本方法制得的有色高分子量有机材料，也可用于空气干燥或物理干燥的涂料。

本拌入颜料组合物特别适合用于制备在工业涂料，特别是在汽车工业中通常所采用种类的有色涂料，尤其是水性丙烯酸/三聚氰胺树脂、醇酸/三聚氰胺树脂、热塑性丙烯酸系树脂或聚氨酯树脂体系。

5 由于本发明拌入颜料组合物的分散性能优异，颜料颗粒易于贯穿整个应用介质而均匀分散。包含本发明拌入颜料的组合物具有优异的流变性能。

本发明拌入颜料组合物可单独或在其它颜料或染料的存在下使用。用本发明拌入颜料组合物与一种有效颜料一起，对高分子量有机材料进行着色是特别有用的。

10 通过改变该有效颜料的种类以及该有效颜料和本发明拌入颜料组合物的浓度，可以调整颜色的效果和色调。效果特别显著的色调，是通过与已知的透明的二氧化钛包覆的云母或铝颜料一起使用拌入颜料而产生的。

15 由于该新的拌入颜料组合物具有独特的颜料性能，还适合用其进行着色高分子量有机材料，该材料为被压延、浇铸、模塑或被加工成纤维等等的塑料，该颜料组合物可赋予有色塑料制品如聚丙烯或聚酰胺纤维、塑料薄膜、装瓶箱等以优异的物理性能。这样，本发明进一步包括方法，其中高分子量有机化合物为被压延、浇铸、模塑或被加工成纤维和塑料制品的塑料，该塑料制品被压延浇铸、模塑或加工成纤维。

20 当新的拌入颜料组合物被加入高性能塑料如聚乙烯、聚丙烯、ABS或聚酰胺时，它特别容易分散。令人惊奇的是，所得的有色模制产品实际上没有任何流痕，这证明颜料组合物是非常均匀地分散在聚合物中的。正如本领域熟练人员所知道的，流痕的存在是不受欢迎的。

25 由于本有创造性的颜料组合物可使液体颜料具有高颜料固体含量，它也适合用于液体颜料的制备。液体颜料在颜料工业中所熟知的且主要用于塑料材质的着色。

此外，本有创造性的颜料组合物适合用在喷墨配方中。

30 以下实施例说明了本发明的各种具体例，但是本发明的范围不受其限制。在实施例中，所有的份数都是以重量计的，除非另有说明。

#### 实施例

实施例 1: 将得自位于德国 Newport 的 CIBA 特殊化学品公司的，

包含 7.7Kg 干重的 3,6-二(4-氯苯基)-1,4-二酮吡咯并吡咯颜料(C. I. 颜料红 254) 的 18.2Kg 含水滤饼 IRGAZIN® DPP ReD B0, 装入 40 加仑的不锈钢容器中。

5 在一单独的容器中, 将 600g 的 50% 聚醋酸乙烯酯/乙烯基吡咯烷酮水溶液(得自 BASF 的 LUVISKOL VA 73W) 和 173.7g 的聚(亚乙基氧)山梨糖醇酐月桂酸酯(得自 Witco 公司的 WITCONOL 2720) 溶解在 5 升水中。然后向树脂水溶液中加入 1550g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

10 将滑石/树脂的水混合物加入二酮吡咯并吡咯颜料滤饼中。用 Cowles® 溶解器搅拌混合物, 生成一种固体含量为 37.8% 的易流动的红色颜料分散体。使用被加热至入口温度为  $400 \pm 5^\circ\text{C}$ , 出口温度为  $125 \pm 3^\circ\text{C}$  的 40psig (磅/英寸<sup>2</sup>) 的空气, 将该高浓缩颜料分散体于一试验装置的喷雾干燥器(得自 Bowen 的 BOWEN BLS) 中进行喷雾干燥, 生成 9.5Kg 的红色拌入颜料组合物, 它能够作为拌入颜料容易地  
15 加入水性涂料体系中以生成非常不透明的具有优异耐久性的红色涂料而无需在球磨机中的分散步骤。

实施例 2: 将得自 CIBA 特殊化学品公司的, 包含 8.2Kg 干重的 3,6-二(4-氯苯基)-1,4-二酮吡咯并吡咯颜料的 19.5Kg 含水滤饼 IRGAZIN DPP ReD B0, 装入 40 加仑的不锈钢容器中。

20 在一单独的容器中, 将 683g 的聚乙烯基吡咯烷酮水溶液(得自 BASF 公司的 LUVISKOL K30) 溶解在 5 升水中。然后向树脂水溶液中加入 2050g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

25 将滑石/树脂的水混合物加入二酮吡咯并吡咯颜料滤饼中。用 Cowles® 溶解器搅拌混合物, 生成一种固体含量为 38% 左右的易流动的红色颜料分散体。将该高浓缩颜料分散体于一试验装置的喷雾干燥器(得自 Bowen 的 BOWEN BLS) 中进行喷雾干燥, 生成 10.2Kg 的红色拌入颜料组合物, 它能够作为拌入颜料容易地加入水性涂料体系中以生成非常不透明的具有优异耐久性的红色涂料而无需在球磨机中的分散步骤。  
30

实施例 3: 将包含 802g 干重的异吲哚啉酮颜料的 2286g 含水滤饼 IRGAZIN YELLOW 3 RLTN (得自位于德国 Newport 的 CIBA 特殊化学

品公司的 C. I. 颜料黄 110), 装入得自 Cole-Parmer 仪器公司的 4 升 WARING 混合器中。

5 在一个 1 升玻璃烧杯中, 将 59.6g 的聚乙烯基吡咯烷酮水溶液(得自 BASF 公司的 LUVISKOL K30) 溶解在 200ml 水中。然后向树脂水溶液中加入 80.2g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

在 WARING 混合器中, 将滑石/树脂的水混合物加入黄色的异噁唑啉酮颜料滤饼中。在中至高速下掺和该混合物, 生成一种易流动的黄色颜料分散体。

10 将以上得到的两批黄色颜料水分散体混合, 然后于一试验装置的喷雾干燥器(得自 Bowen 的 BOWEN BLS) 中进行喷雾干燥, 生成 1.78Kg 的黄色拌入颜料组合物, 它能够作为拌入颜料容易地加入水性涂料体系中以生成非常不透明的具有优异耐久性的黄色涂料而无需在球磨机中的分散步骤。

15 当使用二甲苯进行分散并在显微镜下观察时, 除了尺寸为 5-15  $\mu\text{m}$  的非常小微粒, 还可观察到尺寸范围为 20-100  $\mu\text{m}$  的球状微粒。

实施例 4: 将包含 687g 干重的 2,9-二氯喹吡啶酮洋红颜料的 1692g 含水滤饼(得自位于德国 Newport 的 CIBA 特殊化学品公司的 MONASTRAL® Magenta B), 装入 4 升 WARING 混合器中。

20 在一个 1 升玻璃烧杯中, 将 83.8g 的聚乙烯基吡咯烷酮水溶液(得自 BASF 公司的 LUVISKOL K30) 溶解在 250ml 水中。然后向树脂水溶液中加入 125.6g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

25 在 WARING 混合器中, 将滑石/树脂的水混合物加入洋红颜料滤饼中。在中至高速下掺和该混合物, 生成一种膏状分散体。然后同时加入 62.7g 的 LUVISKOL K30 和 750ml 的水, 生成一种通过进一步混合可得到的液态滤饼。

30 将两批洋红颜料水分散体混合, 然后于一试验装置的喷雾干燥器(得自 Bowen 的 BOWEN BLS) 中进行喷雾干燥, 生成洋红色拌入颜料组合物, 它能够作为拌入颜料容易地加入水性涂料体系中以生成具有优异耐久性的洋红涂料而无需在球磨机中的分散步骤。

实施例 5: 将包含 866g 干重的喹吡啶酮颜料 C. I. 颜料紫 19 的

3093g 含水滤饼（得自位于德国 Newport 的 CIBA 特殊化学品公司的 MONASTRAL® ReD Y RT-759-D），装入 4 升 WARING 混合器中。

5 在一个 1 升玻璃烧杯中，将 86.7g 的得自 BASF 公司的聚乙烯基吡咯烷酮水溶液 LUVISKOL K30 溶解在 350ml 水中。然后向树脂水溶液中加入 86.6g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

在 WARING 混合器中，将滑石/树脂的水混合物加入喹吡啶酮颜料滤饼中。在中至高速下掺和该混合物，生成一种颜料分散体。

10 将颜料分散体于一试验装置的喷雾干燥器（得自 Bowen 的 BOWEN BLS）中进行喷雾干燥，生成红色拌入颜料组合物，它能够作为拌入颜料容易地加入水性涂料中以生成具有优异耐久性的红色涂料而无需在球磨机中的分散步骤。

15 实施例 6：将包含 953g 干重的偶氮颜料 C.I. 颜料黄 191.1 的 2206g 含水滤饼（得自位于德国 Newport 的 CIBA 特殊化学品公司的 CROMOPHTAL® Yellow HRP），装入 4 升 WARING 混合器中。

在一个 1 升玻璃烧杯中，将 63.5g 的得自 BASF 公司的聚乙烯基吡咯烷酮水溶液 LUVISKOL K30 溶解在 400ml 水中。然后向树脂水溶液中加入 95.3g 的得自 Barretts Mineral Inc. 的 ULTRA Talc 609 并搅拌直至完全润湿。

20 在 WARING 混合器中，将滑石/树脂的水混合物加入偶氮颜料滤饼中。在中至高速下掺和该混合物，生成一种膏状颜料分散体。用 400ml 的水稀释另外 111g 的 LUVISKOL K30，并将其加入颜料膏体中。在中至高速下，进一步掺和该混合物，得到一种黄色颜料分散体。

25 将以上得到的两批黄色颜料水分散体混合，然后于一试验装置的喷雾干燥器（得自 Bowen 的 BOWEN BLS）中进行喷雾干燥，生成一种黄色拌入颜料组合物，它能够作为拌入颜料容易地加入水性涂料体系中以生成具有优异耐久性的黄色涂料而无需在球磨机中的分散步骤。

30 当使用二甲苯进行分散并在显微镜下观察时，除了尺寸为 5-15  $\mu\text{m}$  的非常小微粒，还可观察到尺寸范围为 20-100  $\mu\text{m}$  的球状微粒。

实施例 7：重复实施例 6 的步骤；但使用由包含 476g 的 C.I. 颜料黄 191.1 的 1103g 含水滤饼和包含透明的二酮吡咯并吡咯颜料的

1600g 含水滤饼(两者都得自 CIBA 特殊化学品公司)组成的颜料混合物作为有机颜料,生成一种猩红色颜料混合物,它可用于水性油墨、油漆和商业销售涂料中产生具有优异耐久性的深猩红色涂饰剂。

5 实施例 8: 本实施例说明了无需分散步骤,而在汽车涂料的水体  
系中直接加入包含有 3,6-二(4-氯苯基)-1,4-二酮吡咯并吡咯颜料  
(C.I. 颜料红 254) 的拌入颜料组合物作为拌入颜料。

#### “拌入颜料分散体”

10 将 38.8g 的聚合物水分散剂和 121.2g 的去离子水装入一个 8 盎  
司的罐中。搅拌混合物 5-10 分钟。然后在中速搅拌下,将按照实施  
例 1 制得的 40g 颜料组合物加入树脂水分散体中,生成一种颜料分散  
体。用螺旋桨搅拌机以中至高速搅拌该红色颜料分散体 15 分钟,生  
成一种总固体含量为 30% 的包含 20.0% 的颜料组合物且颜料/粘结剂  
的比率为 2:1 的均匀“拌入颜料分散体”。

#### “涂料分散体”

15 将以下原料进行混合:

25.0g 的“拌入颜料分散体”

8.2g 的补偿用透明有色树脂溶液和

66.0g 的配平用透明有色树脂溶液。

20 用去离子水将所得涂料分散体的粘度调节到 1500-2000cps,并通  
过加入足够的 2-氨基-2-甲基-1-丙醇以得到 7.6 左右的 pH 值,然后  
在 1.5 分钟的间隔内两次将其喷洒到一板材上作为底料层。2 分钟之  
后,在 1.5 分钟的间隔内,两次向底涂层上喷洒一种溶剂基透明涂料  
树脂。然后在闪蒸室中,用空气闪蒸该被喷洒的板材达 10 分钟,再  
在 265° F (130℃) 下于一炉中“烘烤”30 分钟,生成一种具有优异  
25 耐候性的色彩饱和的红色板材。显微镜下的评估结果表明,颜料颗粒  
在涂层体系中是均匀分布的。

实施例 9: 本实施例说明了无需分散步骤,而直接向汽车涂料的  
水体系中加入包含有异吲哚啉酮颜料(C.I. 颜料黄 110) 的拌入颜料  
组合物作为拌入颜料。

30 “拌入颜料分散体”

将 38.8g 的聚合物水分散剂和 121.2g 的去离子水装入一个 8 盎  
司的罐中。搅拌混合物 5-10 分钟。然后在中速搅拌下,将 40g 的按



照实施例 3 制得的颜料组合物加入树脂水分散体中，生成一种颜料分散体。用螺旋桨搅拌机以中至高速搅拌该黄色颜料分散体 15 分钟，生成一种总固体含量为 30% 的包含 20.0% 的颜料组合物且颜料/粘结剂的比率为 2:1 的均匀“拌入颜料分散体”。

5 “涂料分散体”

将以下原料进行混合：

25.0g 的“拌入颜料分散体”

8.2g 的补偿用透明有色树脂溶液和

66.0g 的配平用透明有色树脂溶液。

10 按照实施例 8 中所描述的步骤将所得的黄色涂料分散体喷洒到一板材上，生成一种具有优异耐候性的高饱和黄色包覆板材。该涂层在显微镜下的评估结果表明，涂层的外观是均匀的。

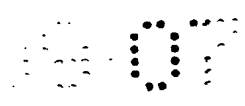
实施例 10：本实施例说明，向 HDPE 中加入包含有偶氮颜料 C. I. 颜料黄 191.1 的拌入颜料组合物。

15 在 175-200rpm 下，将 5 克按照实施例 6 制得的颜料组合物、2.5 克的受阻胺光稳定剂、1.0 克的苯并三唑 UV 吸收剂、1.0 克的受阻酚抗氧化剂和 1.0 克的亚磷酸盐工艺稳定剂，都得自 CIBA 特殊化学品的添加剂分部，与得自 U.S.I. QUANTUM Chemical 的 1000g 高密度聚乙烯（HDPE）熔化后混合在一起达 30 秒。趁热且有展性，切割该熔融着色树脂，然后通过一制粒机进料。将所得的小颗粒于注塑机中进行模塑，其中在 204℃ 温度下的保压时间为 5 分钟，而在 260℃ 温度下的循环时间为 30 秒。所得的均匀着色的碎片具有鲜艳的黄色，它在每一温度下都有相似的色泽且具有优异的光稳定性。当将这种模制的黄色碎片置于光源前观察时，没有发现任何流痕。

20 由 12.5 克的包含液态载体和按照实施例 6 得到的颜料组合物的浓度为 40% 的着色剂悬浮液作为原料，可得到相似的结果。这种着色剂悬浮液是通过将颜料组合物简单搅拌到液态载体中而制备的，无需在高剪切混合器中的分散步骤。

25 实施例 11：本实施例说明，向普通商业销售涂料体系中加入拌入颜料组合物。

30 将 63.5 克的丙二醇、37.8 克的去离子水、10.8 克的得自位于 Danbury CT 的 American Lecithin Company 的 Alcolec S、和 23



- 5 克的得自位于 Wayne NJ 的 GAF Chemicals 的 IGEPAL CO-530 装入一烧杯中。搅拌混合物 10 分钟，并用稀释氨将 pH 值调至 8.0-8.5。然后加入按照实施例 7 制得的 15 克猩红色拌入颜料组合物。在中至高速下，用螺旋桨搅拌机进一步搅拌所得悬浮液 20 分钟，生成一种均匀的颜料分散体，它能够容易地加入胶乳水分散体中以生成具有优异耐久性的深猩红色涂料。